(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7517571号
(P7517571)

(45)発行日　令和6年7月17日(2024.7.17)

(24)登録日　令和6年7月8日(2024.7.8)

(51)国際特許分類		FI		
C09K	3/14 (2006.01)	C09K	3/14	550D
B24D	3/00 (2006.01)	B24D	3/00	320A
C01B	33/18 (2006.01)	C01B	33/18	Z
C04B	35/111 (2006.01)	C04B	35/111	500

請求項の数　8　（全13頁）

(21)出願番号　特願2023-177781(P2023-177781)
(22)出願日　令和5年10月13日(2023.10.13)
審査請求日　令和5年11月20日(2023.11.20)
早期審査対象出願

(73)特許権者　000004455
株式会社レゾナック
東京都港区東新橋一丁目９番１号
(74)代理人　110002620
弁理士法人大谷特許事務所
(72)発明者　田中 誠二
長野県塩尻市大字宗賀１番地 株式会社レゾナック・セラミックス内
(72)発明者　山田 二郎
長野県塩尻市大字宗賀１番地 株式会社レゾナック・セラミックス内
審査官　小久保 敦規

最終頁に続く

(54)【発明の名称】　多結晶アルミナ質砥粒及びその製造方法、並びに砥石

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

アルミナ含有量が９５．０質量％以上、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％であり、結晶粒径が０．１００μｍ以上０．４００μｍ以下であり、ビッカース硬度が２１．００以上である、多結晶アルミナ質砥粒。

【請求項２】

見掛比重が３．８００ｇ／ｃｍ^{3}以上である、請求項１に記載の多結晶アルミナ質砥粒。

【請求項３】

アルミナ含有量が９９．０質量％以上であり、シリカ含有量が０．１０～０．４０質量％であり、結晶粒径が０．１００～０．１８０μｍであり、見掛比重が３．９００～３．９６０ｇ／ｃｍ^{3}であり、ビッカース硬度が２３．１０～２４．００である、多結晶アルミナ質砥粒。

【請求項４】

請求項１～３のいずれか１項に記載の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法であって、

擬ベーマイトと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１質量部以上３．０質量部未満の平均粒子径１００ｎｍ以下のシリカと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して４００～６３０質量部の水との混合液を得る工程と、

前記混合液に解膠剤を添加して、ゾルを得る工程と、

前記ゾルに、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１～５．０質量部のメディアン径（Ｄ５０）が７００ｎｍ以下のアルミナシードを添加して、シード含有ゾ

ルを得る工程と、
　前記シード含有ゾルを、含水分１５質量％以下に乾燥した残分を解砕した後、５５０℃以上１２００℃未満で仮焼成を行う工程と、
　次いで、１２００～１５００℃で焼成を行う工程とを含む、
多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
【請求項５】
　前記混合液を得る工程において、前記シリカの配合量が、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０８～０．３５質量部である、請求項４に記載の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
【請求項６】
　前記仮焼成を行う工程が、５５０℃以上１０００℃未満での１回目の仮焼成工程と、８００℃以上１２００℃未満で、かつ、１回目の仮焼成工程よりも高い温度での２回目の仮焼成工程を含む、請求項４に記載の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
【請求項７】
　前記仮焼成及び前記焼成を、ロータリーキルンで行う、請求項４に記載の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
【請求項８】
　請求項１又は２に記載の多結晶アルミナ質砥粒を含む砥石。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
　本発明は、クロムモリブデン鋼等の難削材の研磨や研削に好適な多結晶アルミナ質砥粒及びその製造方法、並びに砥石に関する。
【背景技術】
【０００２】
　多結晶アルミナ質砥粒は、研磨や研削工具の砥石の材料に用いられている。多結晶アルミナ質砥粒は、アルミナの結晶粒径が小さいほど、また、空孔が少なく、緻密であり、理論比重に近い比重であるほど、優れた研磨及び研削性能を示すことが知られている。
【０００３】
　多結晶アルミナ質砥粒の製造方法としては、擬ベーマイトのゾル化及びゲル化を経た後に焼成する、ゾルゲル法を用いる方法が一般的である。
　上記のような優れた研磨及び研削性能を有する多結晶アルミナ質砥粒を得るため、例えば、擬ベーマイトゾル又は乾燥ゲルに、希土類元素を添加して焼成し、生成する希土類複合酸化物の針状結晶によりアルミナ結晶の成長を阻害する方法が知られている（例えば、特許文献１等）。
【０００４】
　また、擬ベーマイトゾル又は乾燥ゲルに、シリカ及びジルコニアを添加してアルミナ結晶の成長を抑制する方法（例えば、特許文献２）や、アルミナ前駆体への添加物として、鉄及びシリカを用いること（例えば、特許文献３）も提案されている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００５】
【文献】特公平６－９２５７５号公報
【文献】特表２００３－５１０４１７号公報
【文献】特許２７５６２５８号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００６】
　しかしながら、特許文献１に記載されているような製造方法では、アルミナの結晶粒径を０．５μｍ程度までにしか抑えられず、また、高価な希土類元素を使用するため、製造

コストが高くなるという課題を有していた。
【０００７】
一方、特許文献２及び３に記載されているような方法では、砥粒のアルミナ純度が低く、ジルコニウムや鉄等の金属成分の含有量が多く、該金属成分が被研磨物又は被研削物に及ぼす影響が懸念され、また、砥粒の研磨及び研削性能が必ずしも均一に制御されない場合もあった。また、ジルコニアは比較的高価であり、ジルコニアを使用する場合も製造コストが高くなるという課題を有していた。
【０００８】
本発明は、このような課題に鑑みてなされたものであり、アルミナの結晶粒径が小さく、優れた研磨及び研削性能を有する多結晶アルミナ質砥粒、及び前記多結晶アルミナ質砥粒を低いコストで製造することができる製造方法、並びに前記多結晶アルミナ質砥粒を用いた砥石を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００９】
本発明は、ゾルゲル法での多結晶アルミナ質砥粒の製造において、所定のシリカを添加することによりアルミナ結晶の成長を抑制することができ、優れた研磨及び研削性能を有する多結晶アルミナ質砥粒を、低い製造コストで得られることを見出したことに基づく。
【００１０】
本発明は、以下の手段を提供するものである。
［１］アルミナ含有量が９５．０質量％以上、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％であり、結晶粒径が０．４００μｍ以下である、多結晶アルミナ質砥粒。
［２］見掛比重が３．８００ｇ／ｃｍ^{3}以上である、［１］の多結晶アルミナ質砥粒。
［３］ビッカース硬度が２１．００以上である、［１］又は［２］の多結晶アルミナ質砥粒。
［４］アルミナ含有量が９９．０質量％以上であり、シリカ含有量が０．１０～０．４０質量％であり、結晶粒径が０．１００～０．１８０μｍであり、見掛比重が３．９００～３．９６０ｇ／ｃｍ^{3}であり、ビッカース硬度が２３．１０～２４．００である、多結晶アルミナ質砥粒。
【００１１】
［５］擬ベーマイトと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１質量部以上３．０質量部未満の平均粒子径１００ｎｍ以下のシリカと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して４００～６３０質量部の水との混合液を得る工程と、前記混合液に解膠剤を添加して、ゾルを得る工程と、前記ゾルに、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１～５．０質量部のメディアン径（Ｄ５０）が７００ｎｍ以下のアルミナシードを添加して、シード含有ゾルを得る工程と、前記シード含有ゾルを、含水分１５質量％以下に乾燥した残分を解砕した後、５５０℃以上１２００℃未満で仮焼成を行う工程と、次いで、１２００～１５００℃で焼成を行う工程とを含む、多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
［６］前記混合液を得る工程において、前記シリカの配合量が、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０８～０．３５質量部である、［５］の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
［７］前記仮焼成を行う工程が、５５０℃以上１０００℃未満での１回目の仮焼成工程と、８００℃以上１２００℃未満で、かつ、１回目の仮焼成工程よりも高い温度での２回目の仮焼成工程を含む、［５］又は［６］の多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
［８］前記仮焼成及び前記焼成を、ロータリーキルンで行う、［５］～［７］のいずれかの多結晶アルミナ質砥粒の製造方法。
［９］［１］～［４］のいずれかに記載の多結晶アルミナ質砥粒を含む砥石。
【発明の効果】
【００１２】
本発明によれば、アルミナの結晶粒径が小さく、優れた研磨及び研削性能を有する多結

晶アルミナ質砥粒、及びこれを用いた砥石が提供される。
　また、本発明の製造方法によれば、前記多結晶アルミナ質砥粒を低いコストで製造することができる。
【発明を実施するための形態】
【００１３】
　本明細書における用語及び表記の定義及び意義を以下に示す。
　好ましい数値範囲は、好ましい下限値及び上限値のそれぞれを任意に組み合わせることができる。
　結晶粒径は、砥粒の走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）での観察画像で粒界を確認して測定した値である。具体的には、実施例に記載の方法により求められる。
　見掛比重は、ガス置換ピクノメーターで測定された値である。具体的には、実施例に記載の方法により求められる。
　メディアン径（Ｄ５０）は、レーザー回折散乱法で測定した積算体積５０％粒子径である。
【００１４】
［多結晶アルミナ質砥粒］
　本発明の実施形態（以下、本実施形態とも言う。）に係る多結晶アルミナ質砥粒は、アルミナ含有量が９５．０質量％以上、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％であり、結晶粒径が０．４００μｍ以下である。
　本実施形態の多結晶アルミナ質砥粒（以下、単に、砥粒とも言う。）は、所定量のシリカを含み、アルミナの結晶粒径が小さいものであり、優れた研磨及び研削性能を有している。本実施形態の砥粒は、特に、難削材の研磨や研削に好適に適用することができ、砥石の材料として好適である。
【００１５】
　本実施形態の砥粒は、アルミナを主成分とする砥粒であり、アルミナ含有量が９５．０質量％以上、好ましくは９７．０質量％以上、より好ましくは９８．０質量％以上、さらに好ましくは９９．０質量％以上である。
　前記砥粒中のアルミナ含有量の上限は、特に限定されるものではないが、シリカ含有量を考慮して、９９．９５質量％以下であり、好ましくは９９．９質量％以下である。
【００１６】
　前記砥粒は、良好な研磨及び研削性能を発揮できるものとするため、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％であり、好ましくは０．０６～３．００質量％、より好ましくは０．０７～２．５０質量％、よりさらに好ましくは０．０８～１．００質量％、特に好ましくは０．１０～０．４０質量％である。
　シリカ含有量が０．０５質量％以上であれば、砥粒の結晶粒径が小さくなりやすい。また、シリカ含有量が３．００質量％以下であれば、高硬度の砥粒が得られやすい。
【００１７】
　前記砥粒は、アルミナ及びシリカの構成成分以外に、原料由来又は製造過程での混入に伴う不可避成分としての不純物金属元素を含み得る。不純物金属元素としては、例えば、ナトリウム、カルシウム、鉄等が挙げられる。
　前記砥粒中のアルミナ及びシリカ以外の成分の含有量は、砥粒の良好な研磨及び研削性能や着色抑制等の観点から、好ましくは０．２０質量％以下、より好ましくは０．１８質量％以下、さらに好ましくは０．１６質量％以下である。
【００１８】
　前記砥粒は、良好な研磨及び研削性能を発揮できるものとするため、結晶粒径が０．４００μｍ以下であり、好ましくは０．３００μｍ以下、より好ましくは０．２５０μｍ以下、よりさらに好ましくは０．２００μｍ以下、特に好ましくは０．１８０μｍ以下である。結晶粒径の下限は、特に限定されないが、実際上、高硬度の砥粒としては、好ましくは０．１００μｍ以上、より好ましくは０．１１０μｍ以上、さらに好ましくは０．１２０μｍ以上、よりさらに好ましくは０．１３０μｍ以上、特に好ましくは０．１４０μｍ

以上である。
【００１９】
前記砥粒は、良好な研磨及び研削性能の観点から、見掛比重が、好ましくは３．８００ｇ／ｃｍ^{3}以上、より好ましくは３．８１０ｇ／ｃｍ^{3}以上、さらに好ましくは３．９００ｇ／ｃｍ^{3}以上である。見掛比重は大きいほど好ましいが、実際上、上限は、好ましくは３．９６０ｇ／ｃｍ^{3}以下である。
【００２０】
前記砥粒は、良好な研磨及び研削性能の観点から、高硬度であることが好ましく、ビッカース硬度が、好ましくは２１．００以上、より好ましくは２１．５０以上、さらに好ましくは２２．００以上、よりさらに好ましくは２３．００以上、特に好ましくは２３．１０以上である。ビッカース硬度は高いほど好ましいが、実際上、上限は、好ましくは２４．００以下である。
なお、ビッカース硬度は、具体的には、実施例に記載の方法により測定できる。
【００２１】
本実施形態の砥粒は、優れた研磨及び研削性能の観点から、アルミナ含有量が９９．０質量％以上であり、シリカ含有量が０．１０～０．４０質量％であり、結晶粒径が０．１００～０．１８０μｍであり、見掛比重が３．９００～３．９６０ｇ／ｃｍ^{3}であり、ビッカース硬度が２３．１０～２４．００であることが特に好ましい。
【００２２】
砥粒の研磨及び研削性能は、例えば、砥粒を用いて砥石を作製し、該砥石を用いて、クロムモリブデン鋼等の難削材を被削材とした場合の研削比、及び必要な研削動力により評価することができる。具体的には、実施例に記載の方法により評価することができる。
【００２３】
［製造方法］
本実施形態の砥粒は、本発明の実施形態に係る製造方法により、好適に製造することができる。本実施形態に係る製造方法は、擬ベーマイトと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０２質量部以上３．０質量部未満の平均粒子径１００ｎｍ以下のシリカと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して４００～６３０質量部の水との混合液を得る工程（工程１）と、前記混合液に解膠剤を添加して、ゾルを得る工程（工程２）と、前記ゾルに、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１～５．０質量部のＤ５０が７００ｎｍ以下のアルミナシードを添加して、シード含有ゾルを得る工程（工程３）と、前記シード含有ゾルを、含水分量１５質量％以下に乾燥し、得られた固形物を解砕した後、５５０℃以上１２００℃未満で仮焼成を行う工程（工程４）と、次いで、１２００～１５００℃で焼成を行う工程（工程５）とを含む。
本実施形態の製造方法によれば、従来のような高価な希土類元素やジルコニウムを用いることなく、結晶粒径が小さい多結晶アルミナ質砥粒を低コストで製造することができる。
以下、本実施形態の製造方法の各工程について説明する。
【００２４】
（工程１）
工程１では、擬ベーマイトと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０２質量部以上３．０質量部未満の平均粒子径１００ｎｍ以下のシリカと、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して３００～８００質量部の水との混合液を得る。
具体的には、水に擬ベーマイト及びシリカを添加し、撹拌混合することにより、均一な混合液が得られる。
【００２５】
本実施形態では、擬ベーマイトを主原料として用いる。擬ベーマイトは、アルミナ水和物であり、市販品は、一般に、１０～２０質量％の水を含有している。擬ベーマイトは、１００℃で十分に乾燥させた乾燥減量を含水分とみなし、乾燥残分を固形分量とみなす。
【００２６】
シリカは、平均粒子径が１００ｎｍ以下の微細粒子を用いる。微細なシリカ粒子が、後

の焼成工程において、アルミナの結晶粒界に偏析し、アルミナの結晶成長を抑制することにより、結晶粒径が小さい多結晶アルミナ質砥粒が得られる。

シリカの最大粒子径は、取り扱い性、コスト等の観点から、好ましくは１μｍ以下、より好ましくは５００ｎｍ以下、さらに好ましくは２００ｎｍ以下である。シリカの平均粒子径は、焼成時のアルミナの結晶粒の成長の抑制の観点から、好ましくは１～５０ｎｍ、より好ましくは２～３０ｎｍである。このような微細粒子のシリカとしては、入手容易性等の観点から、水に分散されたコロイダルシリカが好適に用いられる。

なお、本明細書におけるシリカの平均粒子径は、５ｎｍ以下の場合はシアーズ粒子径であり、５ｎｍ超の場合はＢＥＴ法（一点法、窒素ガス吸着）で測定された比表面積から算出した値である。シアーズ粒子径とは、$SiO_2$１．５ｇ相当のシリカ（コロイダルシリカ）を、ｐＨ４からｐＨ９にするのに要した濃度０．１モル／Ｌの水酸化ナトリウム水溶液の滴定量に基づいて、該シリカの比表面積を求め、球状粒子とみなして算出した相当径である（G.W.Sears,Jr.,“Analytical Chemistry”,vol.28, No.12, pp.1981-1983 (1956)参照）。ＢＥＴ法から算出される平均粒子径［ｎｍ］は、６０００／｛（密度［ｇ／ｃｍ^3］）×（比表面積［ｍ^2／ｇ］）｝の関係式（シリカの密度：２．２ｇ／ｃｍ^3）により計算される。

【００２７】

擬ベーマイトには、原料由来の不純物であるシリカやその他の元素含有成分が不可避成分として含まれている場合もある。このため、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％である本実施形態の砥粒を得るためには、混合液を得る際のシリカの配合量は、擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して、０．０１質量部以上３．０質量部未満とし、好ましくは０．０２～２．５質量部、より好ましくは０．０３～２．０質量部、よりさらに好ましくは０．０５～０．４質量部、特に好ましくは０．０８～０．３５質量部である。

シリカの配合量が０．０１質量部以上であれば、砥粒の結晶粒径が小さくなりやすく、３．０質量部未満であれば、見掛比重が大きく、高硬度の砥粒が得られやすい。

【００２８】

混合液中の水の量（擬ベーマイト及びシリカ（コロイダルシリカ）の含水分を含む）は、擬ベーマイト及びシリカが均一に分散した混合液の調製容易性や作業効率等の観点から、擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して、４００～６３０質量部とし、好ましくは４３０～５７０質量部、より好ましくは４５０～４９０質量部である。

【００２９】

（工程２）

次に、工程２で、前記混合液に解膠剤を添加して、ゾルを得る。

解膠剤の添加により、前記混合液中の粒子をコロイド化させて、安定的に分散したゾルが形成される。

【００３０】

解膠剤としては、一塩基酸が好ましく、例えば、酢酸、塩酸、ギ酸、硝酸等が挙げられる。解膠剤は、１種単独でも、２種以上を併用してもよい。これらのうち、硝酸が好ましい。

解膠剤の使用量は、解膠剤の種類、混合液中の粒子の含有量、粒子径等によって適宜調整される。例えば、解膠剤として硝酸を用いる場合、硝酸の使用量は、擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して、好ましくは０．１～２０質量部、より好ましくは０．５～１５質量部、さらに好ましくは１～１０質量部である。なお、解膠剤は、均一な混合性や取り扱い性等の観点から、適宜、水等で希釈して用いてもよい。

【００３１】

（工程３）

次に、工程３で、前記ゾルに、前記擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して０．０１～５．０質量部のＤ５０が、７００ｎｍ以下のアルミナシードを添加して、シード含有ゾルを調製する。後の焼結工程におけるアルミナ結晶の生成促進の観点から、ゾルにアルミナシードを添加する。シード含有ゾルは、均一に混合撹拌されていることが好ましい。

【００３２】
アルミナシードは、結晶粒径が小さい多結晶アルミナ質砥粒を得るため、Ｄ５０が、７００ｎｍ以下のものを用い、好ましくは４００ｎｍ以下、より好ましくは２００ｎｍ以下である。アルミナシードのＤ５０の下限は、特に限定されないが、実際上、取り扱い容易性等の観点から、好ましくは８０ｎｍ以上、より好ましくは１００ｎｍ以上、さらに好ましくは１２０ｎｍ以上である。
アルミナシードは、ゾル中への均一な分散性の観点から、水等の液体媒体に分散させた分散液として添加してもよい。
【００３３】
シード含有ゾルは、解膠が不十分であったことによる塊状物や混入異物等を除去する観点から、例えば、フィルタリング等の手段により、精製した後、次工程に供するようにしてもよい。
【００３４】
（工程４）
次に、工程４で、前記シード含有ゾルを、含水分１５質量％以下に乾燥した残分を解砕した後、５５０℃以上１２００℃未満で仮焼成を行う。
後の焼成工程での焼成の均一化の観点から、乾燥及び仮焼成を行う。
【００３５】
シード含有ゾルの乾燥は、乾燥残分（乾燥物）の含水分が１５質量％以下になるまで行う。乾燥減量分を乾燥物の含水分とみなすものとする。乾燥は、例えば、１００～１４０℃で加熱することにより行うことができる。
【００３６】
仮焼成は、均質な砥粒を得る観点から、乾燥物を解砕した後に行う。解砕は、砥粒の所望の粒度にもよるが、例えば、ＪＩＳ　Ｒ６００１－１：２０１７で規定する粒度Ｆ６０相当の粒子を得るためには、粒子径が約１ｍｍ程度以下になるように行うことが好ましく、より好ましくは粒子径９００μｍ以下、さらに好ましくは粒子径７００μｍ以下になるように行う。
解砕手段は、特に限定されるものではなく、公知の手段で行うことができ、例えば、ロールブレーカー、ハンマークラッシャー、ジョークラッシャー、ボールミル等が挙げられる。
解砕により得られた粒子は、砥粒の所望の粒度に応じて、焼成工程での粒子の収縮を考慮して一部を篩分けして、仮焼成を行ってもよい。
【００３７】
仮焼成は、５５０℃以上１２００℃未満の範囲内の温度で行い、好ましくは６００～１１５０℃、より好ましくは６５０～１１００℃で行う。仮焼成は、種々の熱処理炉で行うことがきるが、粒子の均一な加熱の観点から、ロータリーキルンで行うことが好ましい。
仮焼成では、粒子の十分な脱水や解膠剤等に由来する不純物を十分に除去する。
【００３８】
仮焼成は、５５０℃以上１０００℃未満での１回目の仮焼成工程と、８００℃以上１２００℃未満で、かつ、１回目の仮焼成工程よりも高い温度での２回目の仮焼成工程を含むことが好ましい。
段階的に温度を上昇させた複数回の仮焼成工程を経ることにより、結晶粒径がより小さく、見掛比重がより大きく、硬度がより高い砥粒が得られる。
複数回の仮焼成工程は、砥粒の製造効率の観点からは、２回（２段階の温度設定）でよいが、３段階以上の温度設定で３回以上行ってもよい。
【００３９】
１回目の仮焼成の温度は、好ましくは５５０℃以上１０００℃未満、より好ましくは６００～９００℃、さらに好ましくは６５０～８００℃である。１回目の仮焼成の時間は、例えば、１～３０分である。
【００４０】

２回目の仮焼成の温度は、１回目の仮焼成工程よりも高い温度であることを条件とし、好ましくは８００℃以上１２００℃未満、より好ましくは９００～１１５０℃、さらに好ましくは９５０～１１００℃である。２回目の仮焼成の時間は、例えば、１～３０分である。

【００４１】

（工程５）

次いで、工程５で、１２００～１５００℃で焼成を行う。

高温での焼成（本焼成）により、アルミナシードを起点として、結晶粒径が小さいアルミナ多結晶体の焼結が進行する。

【００４２】

焼成は、１２００～１５００℃の範囲内の温度で行い、好ましくは１２５０～１４５０℃、より好ましくは１３００～１４００℃で行う。焼成は、種々の熱処理炉で行うことができるが、粒子の均一な加熱の観点から、ロータリーキルンで行うことが好ましい。焼成の時間は、例えば、１～３０分である。

【００４３】

得られた焼成粉は、放冷後、必要に応じて、篩分けすることにより、所望の粒度の砥粒を得ることができる。

【００４４】

本実施形態の砥石は、上述した本実施形態の多結晶アルミナ質砥粒を含むものである。本実施形態の砥粒は、研磨材製品及び研削材製品に公知の方法で適用することができ、特に、研磨や研削工具の砥石の材料として好適である。研磨材製品及び研削材製品としては、例えば、ビトリファイド研削砥石、レジノイド研削砥石、研磨布紙等が挙げられる。

本実施形態の砥粒は、例えば、バインダー等を用いて、押出し成形やプレス成型等により、星形、矢尻形、多角形、棒状、十字状等の種々の形状に成形加工された成形砥石に用いることもできる。

【実施例】

【００４５】

以下、本発明の実施形態を実施例に基づいて説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。

【００４６】

[砥粒の製造]

実施例及び比較例で使用した原料の詳細は、以下のとおりである。

・擬ベーマイト：含水分２０質量％

・コロイダルシリカ：「スノーテックス（登録商標） ＳＴ－ＮＸＳ」、日産化学株式会社製、水分散、平均粒子径５ｎｍ、固形分１５質量％

・解膠剤：希硝酸（濃度１７．８質量％）

・アルミナシード：アルミナ純度９９質量％以上、Ｄ５０ １５０ｎｍ

なお、アルミナシードは、ボールミル粉砕品を用い、レーザー回折散乱式粒子径分布装置（「ＭＴ３３００ＥＸII」、マイクロトラック社製）にて、Ｄ５０を測定した。

【００４７】

（実施例１）

純水７３２６．１５ｇ、コロイダルシリカ１７．０ｇ（擬ベーマイトの固形分１００質量部に対して固形分０．１５質量部）及び擬ベーマイト２１２５ｇを３０分間撹拌混合した。これに、解膠剤として希硝酸４２５ｇを１分間かけて投入して、４時間以上撹拌し、ゾルを得た。

得られたゾルに、濃度２０質量％のアルミナシードの水分散液８５．０ｇ（擬ベーマイトの固形分１００質量部に対してアルミナシード１質量部）を添加し、３０分間撹拌した後、内容物をバットに空けた（厚さ２０～３０ｍｍ）。

設定温度１００℃の乾燥器内にバットを載置して、内容物を含水分１５質量％以下になるまで、１５時間乾燥させた。

得られた乾燥物をロールブレーカーで粒子径約７００μｍ以下に解砕した後、振動篩で篩分けし、粒子径３７５μｍ超４７５μｍ以下の整粒粉を得た。

【００４８】

整粒粉をロータリーキルンにて７００℃で１０分間（１回目）、さらに、１０５０℃で８分間（２回目）仮焼した。

次いで、得られた仮焼粉を、ロータリーキルンにて１３６０℃で８分間焼成した。

放冷後、得られた焼成粉を振動篩で篩分けし、粒子径１８０μｍ超４５０μｍ以下（粒度Ｆ６０）の砥粒を得た。

【００４９】

（実施例２～８及び比較例１～３）

シリカを表１に示す各添加量とし、それ以外は実施例１と同様にして、砥粒をそれぞれ製造した。なお、実施例８においては、１０５０℃での仮焼（２回目）を行わず、１回目の仮焼のみとした。

【００５０】

[砥粒の測定評価]

実施例及び比較例で得られた各砥粒について、下記の各項目の測定評価を行った。評価測定結果を表１に示す。

なお、各砥粒におけるアルミナは、Ｘ線回折分析により、いずれも、αアルミナであることが確認された。

【００５１】

（結晶粒径）

約０．１５ｇの砥粒を水洗後、アルミナボートに入れ、濃度５質量％の四ホウ酸ナトリウム水溶液０．７ｇを滴下し、１００℃で乾燥させた後、昇温速度１００℃／ｈｒで昇温し、９５０℃で３０分間熱処理した。放冷後、再び１００℃に加熱し、濃度１７．５質量％の塩酸を、砥粒が浸る程度滴下して撹拌した。砥粒を十分に分散させた後、水洗して、１００℃で乾燥させて得られた粉末を試料とした。

走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）（「ＪＳＭ－６５１０ＬＶ」、日本電子株式会社製；倍率２万倍）で試料を観察した。観察画像（長方形）の中心を通る縦、横及び対角線の計４本の線上の粒界数を数え、各線の長さをそれぞれの粒界数で割った値を算出した。１０視野の観察画像についての平均値を、結晶粒径とした。

【００５２】

（成分分析）

砥粒について、蛍光Ｘ線分析装置（「ＺＳＸ（登録商標） Ｐｒｉｍｕｓ ＩＩ」、株式会社リガク製；ファンダメンタルパラメーター法）にて、各種金属成分の酸化物換算含有量を求めた。

【００５３】

（見掛比重）

砥粒について、ピクノメーター（ガス置換ピクノメーター「ＡｃｃｕＰｙｃ ＩＩ １３４０」、Ｍｉｃｒｏｍｅｒｉｔｉｃｓ社製；ヘリウムガス置換）にて測定した。

【００５４】

（ビッカース硬度）

ＪＩＳ Ｚ ２２４４：２００９に準じて、以下のようにして、ビッカース硬度を測定した。

サンプルカップ（直径２５mm円底面）に砥粒０．１ｇを入れ、二液型エポキシ樹脂を注いで硬化させ、砥粒が埋め込まれた硬化物を得た。

サンプルカップから取り出した硬化物の底面をサンドペーパーで研磨して砥粒面の面出しをした後、ダイヤモンド砥粒で深さ１μｍ鏡面研磨して、測定試料を作製した。

測定試料について、マイクロビッカース硬度計（「ＨＭＶ－Ｇ２１」、株式会社島津製作所製）にて、ビッカース硬度を測定した。表１に示すビッカース硬度の値は、砥粒１個について１回測定し、砥粒１５個の測定値の算術平均値である。

【００５５】
【表１】
表1

		シリカ配合量* [質量部]	仮焼成	砥粒				
				含有量［質量%］		結晶粒径	見掛比重	ビッカース硬度
				アルミナ	シリカ	[μm]	[g/cm^3]	(Hv)
実施例	1	0.15	2回	99.7	0.20	0.173	3.949	23.67
	2	0.05	2回	99.8	0.08	0.228	3.959	22.80
	3	0.1	2回	99.7	0.14	0.145	3.956	23.36
	4	0.3	2回	99.5	0.38	0.145	3.916	23.85
	5	0.4	2回	99.4	0.47	0.136	3.870	22.81
	6	0.5	2回	99.3	0.61	0.132	3.826	23.09
	7	1.9	2回	97.7	2.20	0.128	3.905	22.50
	8	0.15	1回目のみ	99.7	0.21	0.193	3.873	22.92
比較例	1	0	2回	99.9	0.04	0.421	3.866	21.42
	2	3.0	2回	96.5	3.40	0.126	3.876	11.44
	3	4.0	2回	95.4	4.49	0.111	3.845	10.60

（備考）＊擬ベーマイトの固形分100質量部に対する配合量

【００５６】
表１に示した結果から分かるように、所定量のシリカを含有する多結晶アルミナ質砥粒は、結晶粒径が小さく、見掛比重も大きくなりやすく、ビッカース硬度が高いことが認められた。
また、実施例１と実施例８との比較から、仮焼成を２段階で行うことにより、見掛比重が大きくなり、ビッカース硬度がより高い砥粒が得られると言える。
【００５７】
［研削性能評価］
実施例１～４及び比較例１で得られた各砥粒を用いて、ビトリファイド研削砥石を作製し、砥粒の研削性能の評価を行った。
砥粒４６体積%、フリットボンド５体積%、及びバインダー（フェノール樹脂：「ＢＲＰ－５４１７」、アイカ工業株式会社製）４９体積%を混合して、１０５０℃で焼成し、ビトリファイド研削砥石（セグメント砥石）を作製した。
研削性能評価における研削条件を以下に示す。
【００５８】
（研削条件）
・被削材：ＳＣＭ４３５（クロムモリブデン鋼；ロックウェル硬さ（ＨＲＣ）４２）
・被削面：長さ２００mm、幅１００mm
・研削機：平面研削盤「ＰＳＧ－６３ＡＮ」、株式会社岡本工作機械製作所製；磁石軸モーター３．７ｋＷ
・研削方式：湿式平面トラバース研削
・砥石周速：１８００mm／ｍｉｎ
・テーブル速度：１５m／ｍｉｎ
・クロス送り：４mm／ｐａｓｓ
・切り込み：１０μｍ（総切り込み：１mm）
【００５９】
（評価項目）
＜研削比＞

研削前後の被削材の体積減少量（２００ｍｍ×１００ｍｍ×１ｍｍ＝２００００ｍｍ^3）の砥石摩耗量［ｍｍ^3］に対する比を算出し、研削比とした。なお、砥石摩耗量は、研削前後の砥石直径の減少量から、摩耗体積を算出して求めた。

表２における研削比は、比較例１を基準（基準値１）とした相対値で示した。

【００６０】

＜研削動力＞

研削時の平均電力を求め、研削動力とした。

表２における研削動力は、比較例１を基準（基準値１）とした相対値で示した。研削動力が小さいほど、研削抵抗が小さいことを示している。

【００６１】

【表２】

表2

	研削比（相対比）	研削動力（相対比）
実施例1	2.61	0.67
実施例2	1.98	0.82
実施例3	2.61	0.75
実施例4	1.91	0.79
比較例1	1	1

【００６２】

また、表２に示した結果から分かるように、本実施形態の砥粒は、シリカ非添加で製造したアルミナ質砥粒（比較例１）に比べて、研削比が大きく、かつ、研削動力が小さく、研削性能に優れていることが認められた。

【要約】
【課題】アルミナの結晶粒径が小さく、優れた研磨及び研削性能を有する多結晶アルミナ質砥粒、及び前記多結晶アルミナ質砥粒を低いコストで製造することができる製造方法、並びに前記多結晶アルミナ質砥粒を用いた砥石を提供する。
【解決手段】擬ベーマイトと所定のシリカと水との混合液を得る工程と、前記混合液に解膠剤を添加してゾルを得る工程と、前記ゾルにアルミナシードを添加して、シード含有ゾルを得る工程と、前記シード含有ゾルを乾燥した残分を解砕した後、５５０℃以上１２００℃未満で仮焼成を行う工程と、次いで、１２００～１５００℃で焼成を行う工程とを含む製造方法により、アルミナ含有量が９５．０質量％以上、シリカ含有量が０．０５～３．３０質量％であり、結晶粒径が０．４００μｍ以下である、多結晶アルミナ質砥粒を得る。
【選択図】なし

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平０４－２６０６１２（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－３４５６１１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野 (Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０９Ｋ　３／１４
Ｃ０９Ｇ　１／０２
Ｈ０１Ｌ　２１／３０４
Ｈ０１Ｌ　２１／４６３
Ｂ２４Ｂ　３／００　－　３／６０
Ｂ２４Ｂ　２１／００　－　３９／０６